

P-N-S,

Se, Te

10 - 1229

$\text{ClSO}_2\text{N:PCl}_3$ (Tm)

1952

~~Kirsanov A.V.~~

Kupcanov A.B.

Zhur. Obshchei Khim. 1952, 22,

88-93

"The chloride of trichlorophos-
phazosulfuric acid"

C.A., 1952, 6984f

5

7817-III

1952

$\text{SO}_2(\text{NPCl}_2)_2$ (T_m)

Kirsanov A.V.

Zhur. Obshehei. Khim., 1952, 22,

1346-9

Bis (trichlorophosphazo) sulfone

C.A., 1953, 5836a



5

Тёрнер, Розмунда,

1954

Annab.

Goehring M., Hohenschutz H.,

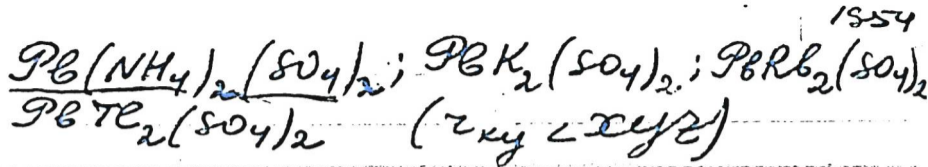
Appel R.

Z. Naturforsch., 1954, 9, N:10,
678-681.

О неволевого соединении
трёхорисе серы.

а-55^а-16 - 3425^а6.

80₃
соединению
с [NPSL]₂³



Knakkegaard-Møller Chr.

Acta chem. scand., 1954, 8, N1, 81-87 (aure.)

The structure of $Pb(NH_4)_2(SO_4)_2$ and related compounds.

Pfizer, 1954, N19, 42669

³
PNS₂O₅Cl₄ (Tb)

2431-III

1963

Becke-Goehring M., Hartenstein J.

Z. anorgan. und allgem. Chem., 1963, 320, 11-4, 27-29 (1963)

Über ein neues, Phosphor und Schwefel
enthaltendes Säurechlorid

Есть оригинал.

РИХ-Литм, 1964, +2
888

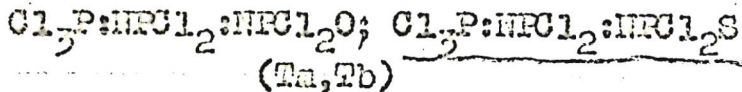
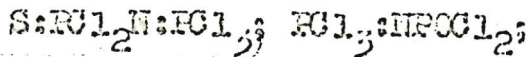
Б

Ⓟ

есі 6
6
сшср

1963

3854



Becke-Goehring M., Lehr W.
 Z. anorgan. und allgen. Chem.,
 1963, 325(5-6), 287-301

Phosphorus nitrogen ...

Be

1963



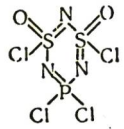
3 В16. Новое соединение серы с фосфором и азотом. Grampeel J. C. van de, Vos Aafje. A new sulphur-phosphorus-nitrogen compound. «Recueil trav. chim.», 1963, 82, № 2, 246—247 (англ.)

$\text{Cl}_3\text{PNSO}_2\text{Cl}$ с т. пл. $36-39^\circ$ нагрет в течение 1,5 часа при 146° под давл. 8 мм рт. ст. при облучении УФ-светом и перегнан. После обработки дистиллята (жидкости с т. кип. $100-125^\circ$ под давл. 7 мм рт. ст.) ледяной водой выделен $\text{S}_2\text{PN}_3\text{O}_2\text{Cl}_4$ (I). Т-ра плавления I, перекристаллизованного из петр. эфира, $94,9-95,9^\circ$. Определены хим. состав I, мол. вес (325 ± 16), плотность (2,14), предложена структурная ф-ла (A). Данные рентгено-

T_m.

BP-2959-III

65122-III-168

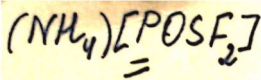


A

X. 1964. 3

структурного анализа I: ф. гр. $P2_1/n$, a 11,6, b 7,7, c 11,0А, β $101,3^\circ$, $Z=4$, ρ (рент.) 2,13. Л. Покровская

1967



20 В83. Фтортиофосфаты, их получение и свойства. Falius Hans. Fluorothiophosphate, ihre Darstellung und Eigenschaften. «Chem. Ber.», 1967, 100, № 4, 1179—1183 (нем.)

Смешивают водный р-р $(\text{NH}_4)[\text{POS}(\text{NH}_2)_2]$ и 40%-ный р-р HF, охлажденные до 0° , упаривают досуха в вакууме над KOH и над конц. H_2SO_4 . Остаток р-ряют в спирте, р-р фильтруют, упаривают и остаток снова р-ряют в эфире. Отгонкой эфира в вакууме получают $(\text{NH}_4)[\text{POSF}_2]$ (I) в виде бесцветных пластинчатых кристаллов. Выход I 48%. Т. пл. I 111° , ρ (эксп.) 1,833. I хорошо р-рим в H_2O , CH_3OH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, ацетоне и эфире, нерастворим в бензоле, CHCl_3 и петролейном эфире. I в водном р-ре сильно гидролизуется. Смесь

Tm

Хлорид - III - 69

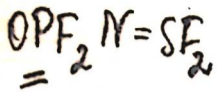
x. 1967. 20

водного р-ра $(\text{NH}_4)_2[\text{PO}_2\text{S}(\text{NH}_2)]$ и 40%-ного р-ра HF выдерживают в течение 2 час. при $\sim 20^\circ$, разбавляют водой и с помощью водного NH_3 устанавливают рН 8. Добавлением $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ осаждают ионы F^- и после отделения CaF_2 доводят кислотность р-ра до рН 6 добавлением HNO_3 и прибавляют р-р $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Темную часть выпавшего осадка удаляют, белую — суспензируют в $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ и NH_3 и обработкой H_2S получают р-р $(\text{NH}_4)_2[\text{PO}_2\text{SF}]$ (II). Р-р упаривают при 30° в вакууме. Остаток р-ряют в смеси $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{H}_2\text{O}$, упаривают и вторичный остаток обрабатывают $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, а затем сушат. Выход II 22%; ρ (эксп.) 1,603. Кристаллизацией из воды получают II в виде бесцветных прозрачных кристаллов. II р-рим в воде, но нерастворим в органических растворителях.

В. Р. Бердников

XIII-243-187

1967



p,
ΔHev,

Т
вспышки,

Т
кисл.

X. 1968. 5

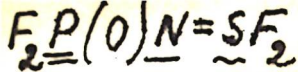
5 В52. Получение N-дифторфосфорилсульфодифторидимина и N-фторсульфонилсульфоксидифторидимида. Glemser O., Roesky H. W., Heinze P. R. Synthese von N-(Difluorphosphoryl)schwefel-difluorimid und N-(Fluorsulfonyl)schwefeloxid-difluorimid. «Angew. Chem.», 1967, 79, № 16, 723—724 (нем.)

Взаимодействием фосфорилдифторидамида (I) с SF₄ (II) при 40° получен бесцветный жидкий OPF₂N=SF₂ (III), III неустойчив, при комн. т-ре распадается на POF₃ и NSF. Выход III 55%. Исходный I получен

+1

⊠

аммонолизом пиррофосфорилтетрафторида. Бесцветный
пидкий N-фторсульфонилсульфоксидифторидимид (IV)
получен взаимодействием SOF_4 и FSO_2NH_2 в присутст-
вни NaF при 130° . Выход IV 30%. Т. вспышки III 41;
IV 70° , т. кип. III 45; IV 72° соотв. III, разлагаясь, окра-
шивается в красный цвет. Давление пара III описывает-
ся уравнением $\lg P = -1904/T + 7,887$, теплота испарения
8,7 ккал/моль; константа Трウトона 22,9. Вычисленная
т-ра кипения равна 108° . Сняты и обсуждены ИК-, масс-
и ЯМР-спектры III и IV. М. Б. Варфоломеев



1967

96355b Synthesis of sulfur difluoride (difluorophosphinyl)imide and sulfur oxide difluoride (fluorosulfonyl)imide. O. Glemser, H. W. Roesky, and P. R. Heinze (Univ. Goettingen, Ger.). *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* 6(8), 710-11(1967)(Eng). Phosphorodifluoridamide [$F_2P(O)NH_2$] is treated at 40° with SF_4 to give 55% sulfur difluoride (difluorophosphinyl)imide [$F_2P(O)N:SF_2$] (I), b_{80} 45° , m. -41° . Fluorosulfonyl amide (FSO_2NH_2) is treated at 130° with SOF_4 in the presence of NaF to give 30% sulfur oxide difluoride (fluorosulfonyl)imide ($FSO_2N:SOF_2$) (II), b. 72° , m. -70° . I decomp. at room temp. to give POF_3 and NSF . ^{19}F -N.M.R. and ir data for I and II and mass spectrum data for II are given. BDJN

T.M,
TG

Cupfey

+1

C.A. 1967. 17. 20



$F SO_2 - N = P Br_3 (T_6, T_m)$ 12 1967

Roesky H.W.

XIII 1188

Z. anorgan. und allgem. Chem., 1969,

367, N3-4, 151-153 (нем.)

Сchwefel-Stickstoff-Verbindungen. XX.

Mittler Ring Tribromphosphorsulfonyl-
fluorid, $F SO_2 - N = P Br_3$

РЖ Хим., 1970

2 B100

Есть ф. к.

5 (92)

(WSP) SP F (Pb)

Визит XIII 900 1967

(WSP) SP F
Keesky H. W. 7

ЕСТЬ ОРИГИНАЛ 90

Soviet Chem. Int. Ed. Engl., 1967, 6(1),

Synthesis of thiophosphoryl difluoride
isothiocyanate and thiophosphoryl fluoride
diisothiocyanate

Синтез дитиоцианата - дитиоцианата. CA, 1967, 66, 516, 7437z

P-N-3-

Bp-XIII-905

1967

 $\text{PCl}_3\text{N}(\text{SO}_2\text{Cl})_2$

18 Б26. Химия трихлорфосфазосульфурилхлорида.
Ruff J. K. Some chemistry of trichlorophosphazosulfonyl
chloride. «Inorgan. Chem.», 1967, 6, № 11, 2108—2110
(англ.)

Кипятят $\text{PCl}_3=\text{NSO}_2\text{Cl}$ (I) с AsF_3 , добавляют CH_2Cl_2 , р-итель отгоняют в вакууме и дистилляцией остатка при $74-5^\circ/1$ получают $\text{PCl}_3=\text{NSO}_2\text{F}$ (II). Кипячением I и HSO_3F в AsF_3 получают азеотропную смесь (III) состава $[\text{HN}(\text{SO}_2\text{F})_2]_3 \cdot \text{POCl}_3$ с т. кип. $78-80^\circ/25$. На основании сдвига, наблюдающегося в спектре ПМР, предположено, что происходит частичное образование аддукта $[\text{HN}(\text{SO}_2\text{F})_2]_3 \cdot \text{POCl}_3$. III также получают смешиванием $\text{HN}(\text{SO}_2\text{F})_2$ и POCl_3 в AsF_3 . Добавлением Cs_2CO_3 к III в лед. H_2O получают $\text{CsN}(\text{SO}_2\text{Cl})_2$. При кипячении $\text{HN}(\text{SO}_2\text{Cl})_2$ с AsF_3 образуется $\text{HN}(\text{SO}_2\text{F})_2$. Водн. гидро-

T_m

2.1968. 18

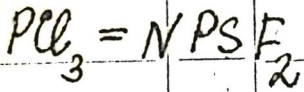
лизом I в присутствии AsF_3 получено $\text{H}_2\text{NSO}_2\text{F}$. Смесь I и SO_2 нагревают при $145-50^\circ$, продукт р-ряют в CH_2Cl_2 , р-ритель отгоняют в вакууме и дистилляцией остатка при $41-2^\circ/1$ получают OSNSO_2Cl (IV). Образование IV доказано, снятием ИК-спектра, к-рый характеризуется полосами поглощения (ПП) при 1381 и 1168 см^{-1} (группа SO_2Cl), 1239 и 1099 см^{-1} (группа OSN) и, кроме того, ПП при 731 и 673 см^{-1} , а также гидролизом в р-ре AsF_3 , в результате к-рого образуется $\text{H}_2\text{NSO}_2\text{F}$. Нагреванием при 80° PCl_5 с $\text{HN}(\text{SO}_2\text{Cl})_2$ в POCl_3 в атмосфере N_2 получены кристаллы $\text{PCl}_4\text{N}(\text{SO}_2\text{Cl})_2$ (V). Т. п.л. V $176-88^\circ$. V легко гидролизующееся в-во; в р-ре MeNO_2 V является электролитом типа 1:1.

В. Р. Бердников

P-N-3

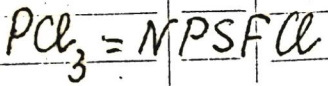
BP - 8299 - XIV

1969



Glenzer O.,

Bierman U.,

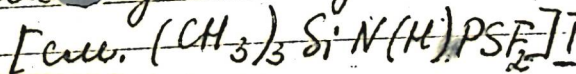


Malasz S.P.

T_m, T_b

Inorg. and Nucl. Chem.
Letters, 5, N8, 643.

Реакции микроформ
лауре мидов с пика-
метиле дисилазаном.



ClSO₂N:POCl₃

XIII - 673

1969

T_m

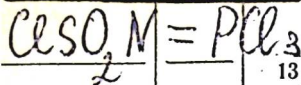
(106704a) Trichlorophosphazosulfuric acid chloride. Kir-
sañov, A. V. (USSR). *Metody Poluch. Khim. Reaktivov Prep.*
1969, No. 19, 5-6 (Russ). From *Ref. Zh., Khim.* 1970, Abstr.
No. 13V18. A mixt. of sulfamic acid and PCl₅ was heated in dry
CCl₄ on a water bath for 2.5 hr, with subsequent distn. of POCl₃
and CCl₄, to prep. trichlorophosphazosulfuric acid chloride, Cl-
SO₂N:PCl₃, a colorless, clear liq. which crystallizes on cooling,
m.p. 32° MSRK

C. A. 1971. 4/20

P-N-S-O-O

XII - 073

1969



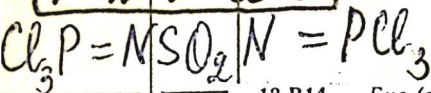
13 В18. Хлорангидрид трихлорфосфазосерной кислоты. Кирсанов А. В. В сб. «Методы получения хим. реактивов и препаратов». Вып. 19. М., 1969, 5—6

Нагреванием смеси сульфаминовой к-ты и PCl_5 в среде сухого CCl_4 на водяной бане в течение 2,5 час. с послед. отгонкой POCl_3 и CCl_4 получен хлорангидрид трихлорфосфазосерной к-ты $\text{ClSO}_2\text{N}=\text{PCl}_3$ в виде бесцв. прозрачной жидкости, кристаллизующейся при охлаждении в кристаллы с т. пл. 32° . Г. В. Панова

T_m

X. 1970. 13

P-N-S-O-O



ВРХ-ХИИ-072/1969

13 В14. Бис-(трихлорфосфазо)сульфон. Курса-
цов А. В. В сб. «Методы получения хим. реактивов и
препаратов». Вып. 19. М., 1969, 9—10

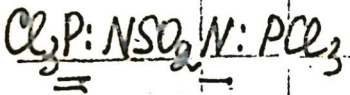
Взаимодействием сухого $H_2NSO_2NH_2$ с PCl_5 при 60—
70° в течение 30 минут с послед. удалением избытка
 PCl_5 в вакууме получен бис-(трихлорфосфазо)-сульфон
 $Cl_3P=NSO_2N=PCl_3$ в виде прозрачной бесцв. жидкости,
к-рая при внесении затравки кристаллизуется в тв. кри-
сталлич. массу с т. пл. 40,4—41,5°. Г. В. Панова

T_m

X. 1970.

13

BA-XIII-672 1969



Tm

(106703z) Bis(trichlorophosphazo)sulfone. Kirsanov, A. V. (USSR). *Metody Poluch. Khim. Reaktivov Prep.* 1969, No. 19, 11/9-10 9-10 (Russ). From *Ref. Zh., Khim.* 1970, Abstr. No. 13V14. Dry H₂NSO₂NH₂ was treated with PCl₅ at 60-70° for 30 min, with subsequent removal of excess PCl₅ in vacuo, to give bis(trichlorophosphazo)sulfone, Cl₃P: NSO₂N: PCl₃, as a clear, colorless liq. which formed a solid cryst. mass, m.p. 40.4-1.5°, during seeding. MSRK

C.A. 1974. 74.20.

H_3PO_4 , H_3PO_3 , H_2PO_2 , NH_3 , 13 1969
 $HPO_2(NH_2)_2$, $HPO_2(NH_2)_2$, H_3PS_4 (Kp) XIII 497

Peacock C. J., Nickless G.

Z. Naturforsch., 1969, 24a, 112, 245-247 (ann.)

The dissociation constants of some
phosphorus (V) acids

PH Kern., 1969

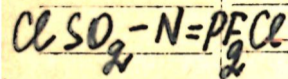
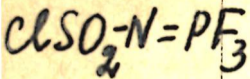
15 51224

○

B ⊕

ВФ-ХIII-1190

1969

Т
В

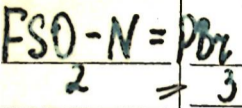
4 В135. Соединения, [содержащие связи] сера — азот. Сообщение XIX. Получение и свойства $\text{ClSO}_2\text{-N}=\text{PF}_3$ и $\text{ClSO}_2\text{-N}=\text{PF}_2\text{Cl}$. Roesky H. W., Bowering W., Grosse. Über Schwefel—Stickstoffverbindungen. Mitt. XIX. Darstellung und Charakterisierung von $\text{ClSO}_2\text{-N}=\text{PF}_3$ und $\text{ClSO}_2\text{-N}=\text{PF}_2\text{Cl}$. «Inorgan. and Nucl. Chem. Letters», 1969, 5, № 7, 597—599 (нем.)

Взаимодействием суспензии ClSO_2NH_2 в CCl_4 с PF_3Cl_2 (I) при комн. т-ре получен комплекс $\text{ClSO}_2\text{N}=\text{PF}_3$ (II), а р-цией II с I в мол. отношении 1:3 при 50° выделен комплекс $\text{ClSO}_2\text{N}=\text{PF}_2\text{Cl}$ (III). Выход II и III равен соотв. 95 и 23%. Т. кип. II и III составляет 21/0,1 и 31°/0,01 мм соотв. Сняты ИК- и ЯМР (F^{19})-спектры II и III, а в масс-спектре II охарактеризованы ионы $\text{ClSO}_2\text{N}=\text{PF}_3^+$, $\text{SO}_2\text{NPF}_3^+$, POF_3^+ и NPF_3^+ .

И. С. Шаплыгин

X. 1970. 4

1969



2 В100. Соединения, содержащие серу и азот. XX.
Трибромфосфазосульфонилфторид, $FSO_2-N=PBr_3$.
Roesky H. W. Schwefel—Stickstoff—Verbindungen. XX.
Mitteilung Tribromphosphatosulfonylfluorid, $FSO_2-N=PBr_3$.
«Z. anorgan. und allgem. Chem.», 1969, 367,
№ 3—4, 151—153 (нем.; рез. англ.)

Реакцией $FSO_2-N=S=O$ с PBr_5 при комн. т-ре по-
лучен кристаллич. комплекс $FSO_2-N=PBr_3 \cdot I$ с выхо-
дом 45%. Т. пл. и т. кип. I равны $57-8^\circ$ и $106-7^\circ/0,05$
соотв. При длительном хранении на свету в посуде из
стекла «пирекс» I разлагается с выделением Br_2 . Сняты
ИК- и ЯМР (F^{19})-спектры I, причем в ИК-спектре полосы
810 и 732 см^{-1} отнесены соотв. к вал. кол. S—F и S—N.
И. С. Шаплыгин

T_m

T_{кип.}

X. 1970. 2

$F_2 \cdot P(S) \cdot N_3$

Colburn C. B. 4 pp. | 1970

J. Chem. Soc., A, N 13,
2221.

$\frac{P}{T_m}$
 $\frac{T_b}{\Delta H_v}$

(see. $F_2 \cdot P(S) \cdot OP(S) \cdot F_2$)

XIII - 1193

1970

$P_4W_4F_7N=S=O$ (Tb)
u gp.

Roesky H.W., Grosse-Böwing W.
Inorg. and Nucl. Chem. Lett.,
1970, 6, No 10, 781-783 (Hein.)

5

$SPF_2N=PF_2NMe_2$, $SPF_2N=PF(NMe_2)_2$, 1970
 $SPF_2N=PF(NMe_2)NEt_2$, $SPF_2N=PF_2N=C=N-SiMe_3$,
 $SPF_2N=PF_2N(Ph)SiMe_3$, $SPF_2N=PF_2NHSiMe_3$, 13
 $SPFClN=PF_2NMe_2$, $SPFClN=PF_2NHSiMe_3$, 14
 $SPFClN=PF_2N_2$, $SPCl_2N=PF_2NMe_2$, $SPCl_2N=PF_2NHSiMe_3$,
 $SPCl_2N=PFCl_2$ (кп) XIII 656

Roesky H.W., Grimm L.F.

Chem. Ber., 1970, 103, №6, 1664-1673 (нем.)

Соединения фосфора. Сообщения С. Роезку
 с N-галоген фосфоранимидами фосфорилгалоген-
 кидами

РНХ и др., 1970

22В1291

у нас есть

Есть оригинал.

Ваше

Ваше

SPF₂-NH-POF₂

P-N-S-соед

4 В28. Соединения фосфора. Сообщение 57. Получение соединений с каркасом P-N-P. Roesky Her-

1970

bert W., Grimm Ludwig F. Über die Darstellung von Verbindungen mit einem P-N-P-Gerüst. «Chem. Ber.», 1970, 103, № 10, 3114-3121 (нем.; рез. англ.)

Взаимодействием SPF₂-N=PF₂Cl с безводн. XCO₂X в атмосфере сухого N₂ получены жидк. SPF₂-NX-POF₂, где X=H (I) или D (II). Аналогично получены SPFCINXPOF₂, где X=H (III) или D (IV), и SPCl₂NX-POF₂, где X=H (V) или D (VI). Т. кип. (0,01 мм) I-VI равна 38, 34, 62, 71, 110 и 116° соотв. Масс-, ЯМР- и ИК-спектроскопич. исследованиями установлено, что в основе молекул I-VI как в жидк., так и в газообр.

Т_в

ВР-ХIII-1192

Х. 1974. 4

состоянии лежит группировка $P-NH-P$. Взаимодействием $SPCl_2-N=PF_3$ или $SPFCl-N=PF_3$ с NH_3 при -80° в абс. эфире в мол. отношении 1:2 в атмосфере сухого N_2 получены $SPCl_2-N=PF_2NH_2$ (VII) и $SPFCl-N=PF_2NH_2$ (VIII). Установлено, что при дистилляции VIII в вакууме образуется VII и $SPF_2-N=PF_2NH_2$ (IX). Т. кип. (0,01 мм) VII 92; VIII 62 и IX 26°. VII—IX изучены методом ЯМР-спектроскопии.

М. Б. Варфоломеев

P-N-S

$F_2(O)PNS(O)F_2$

T_B

Clemser O., et al

1971

Chem. Ber., 1971, 104,

N3, 696.

(Cu. Si-C-N)I

$P(NSOF_2)_3$
= -m

XIII-1504

1971

23 В29. Новый метод получения имидосульфоксиддифторидов. Wolfgang Sundermeyer, Roland Achim, Seppelt Konrad. Neue Darstellungsmethode für Imidoschwefeloxiddifluoride. «Angew. Chem.», 1971, 83, № 12, 443—444 (нем.)

Кипячением HgX_2 ($X=NSOF_2$) с PCl_3 , $AsCl_3$, $SiCl_4$ или $OSCl_2$ в CH_2Cl_2 синтезированы PX_3 , AsX_3 , SiX_4 , OSX_2 (I); получены также алкил-пр-ные SiX_4 : Me_n-SiX_{4-n} ($n=1, 2, 3$). Синтезированные в-ва — устойчивые бесцв. прозрачные жидкости, мало чувствительные к гидролизу. Приведены т. пл. и т. кип., получены масс-, ИК-, ЯМР (F^{19} и P^{31})-спектры в-в. Предполагается, что I представляет собой смесь изомеров. I рассматривается как первый устойчивый тионилпсевдогалогенид.

И. В. НИКИТИН

Тм

+4

(+4)

X. 1971.23



XIII 2145

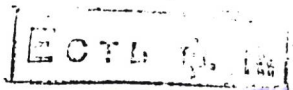
1972

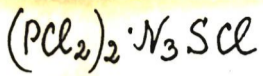
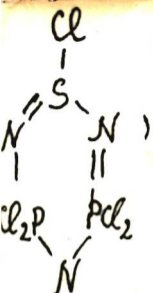
$\text{NPOCl}_2 (\text{NSOCl})_2 (\text{Tr})$

Baalmann H.H., Velvis H.P.,
Grampel J.C., Van de
Rec. trav. chim., 1972, 91, N7,

935-941

6





XIII-2205

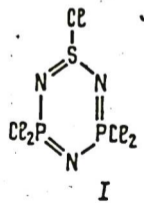
1972

1 В18. 1,3,3,5,5-Пентахлор-1 λ⁴,2,4,6,3 λ⁵,5 λ⁵-тиатриазадифосфорин. Roesky Herbert W. 1,3,3,5,5-Pentachlor-1λ⁴,2,4,6,3λ⁵,5λ⁵-thiatriazadiphosphorin. «Angew. Chem.», 1972, 84, № 14, 686 (нем.)

При р-ции S(NSO)₂ с PCl₅ в CCl₄ образуется циклотриафосфазен (I), т. кип. (разл.) 68—70°/0,01. Структура I (см. рис.) установлена на основе данных ИК-, ЯМР- и

масс-спектров

(Тв)



а.л. Бурмин

X.1973 №1

$\text{POF}_2\text{N}_3\text{S}_3$

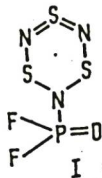
XIII - Лаву

1972

1 В17. 4-(Дифтороксофосфоранил)-1 λ⁴,3,5,2,4,6-три-
тиатриазин. Roesky Herbert W., Grimm Lud-
wig F. 4-(Difluoroxophosphoranyl)-1 λ⁴3,5,2,4,6-trithiatria-
zin. «Angew. Chem.», 1972, 84, № 14, 685—685 (нем.)

При взаимодействии $(\text{Me}_3\text{SiN})_2\text{S}$ с $[\text{F}_2(\text{O})\text{P}]_2\text{O}$ обра-
зуется желтое соединение (I), т. пл. 68°, выход 74%.
Очищенный I получен после возгонки при 30—40°/0,01 с

(Тв)



T_m

выходом 57%. Циклич. структура I (см. рис.) предло-
жена на основании данных ИК-, ЯМР (P^{31} , F^{19})- и масс-
спектров. А. Я. Берлин

Х. 1973 № 1

1973

NPCl₂(NSOF)₂

21 В18. Производные NPCl₂(NSOCl)₂ и (NPCl₂)₂-NSOCl. I. Получение монофенил- и дифторо-производных цис-NPCl₂(NSOCl)₂. В а а l m a n n H. H., G r a m p e l J. C. v a n d e. Derivatives of NPCl₂(NSOCl)₂ and (NPCl₂)₂NSOCl. Part. 1. The preparation of a monophenyl and a difluoro¹¹ derivative of cis-NPCl₂(NSOCl)₂. «Rec. trav. chim.», 1973, 92, № 6, 716—722 (англ.)

Реакцией цис-NPCl₂(NSOCl)₂ (I) с Ph₂Hg (мол. отношение 1 : 1,2) в C₂H₂Cl₄ (35 дней, комн. т-ра) синтезирован белый крист. NPCl₂(NSOCl)NSOPh (II), т. пл. 108,5—110°, выход 26,6%. При взаимодействии I с Ph₂Hg в мол. отношении 1 : 4 в C₂H₂Cl₄ или C₆H₆ также замещается один атом Cl с образованием II. Отмечено, что р-ция I с Ph₂Hg протекает медленнее р-ции (NSOCl)₃ с Ph₂Hg. I и AgF₂ в CCl₄ (70 час., комн. т-ра) дают белый крист. NPCl₂(NSOF)₂ (III), т. пл. 56,5—58,5°, выход 31%. Возможные изомеры II или III не разделяли. На основании ИК-спектров II и III сделан вывод, что Ph и F

(Тм)

α. 1973 N 21

89-111-2232

связаны с атомами S. Поглощения 1269 и 1319 см^{-1} в ИК-спектре II отнесены к вал. кол. SO в группах SOPh и SOCl, соотв.; 701 и 741 см^{-1} — колебания Ph, 607 см^{-1} — антисимм. вал. кол. PCl₂, 1139 и 1195 см^{-1} — колебания кольца. Вал. кол. SO в ИК-спектре III при 1368 см^{-1} , SF — при 887 см^{-1} . Сделан вывод, что замещение атомов Cl в I атомами F делает кольцо III прочнее: колебания кольца III при 1183 и 1215 см^{-1} сравниваются с 1138 и 1183 см^{-1} для I в предположении одинаковой симметрии I и III. В масс-спектрах II и III наиболее интенсивные пики ионов, образующихся после отрыва атома Cl от II или III, что согласуется с данными, полученными ранее для (NPCl₂)₃ и (NPCl₂)₄. Пики PCl₂⁺ в спектрах II и III значительно интенсивнее пиков SOCl⁺ или SCl⁺. Даны р-ции распада метастабильных ионов II и III, в основном представляющие собой элиминирование атома галогена; для III наблюдается также распад NPCl(NSOF)₂⁺ → PCINSOFN⁺ + FNO.

И. В. Никитин

$B(NSOF_2)_3$, $Sb(NSOF_2)_3$, $Os(NSOF_2)_2$, 1975
 $MeOS(O)NSOF_2$, $OCNSO_2NSOF_2$, $OCN(O)NSOF_2$, $OP(NSOF_2)_3$,
 CF_3CONSO_2 , CF_3SNSOF_2 (Tm, Tb)

Jäckh Ch., Roland A., Sundermeyer W.
Chem. Ber., 1975, 108, N8, 2580-2588 (nem.)

Imidosulfuryldifluoride.

XIII-3194

PIHUSA, 1976
3319



B (P)

$P_4N_4F_6(N_2S)$

1976

13 В6. Сера-диимидный мостиковый циклофосфазен. Roesky Herbert W., Janßen Enno. Ein schwefeldiimido-überbrücktes Cyclophosphazen. «Angew. Chem.», 1976, 88, № 1, 24—25 (нем.)

Обменом $P_4N_4F_6(NH_2)_2$ с $SOCl_2$ получен $P_4N_4F_6(NSO)_2$ (I). В присутствии Pu I отщепляет SO_2 и с малым выходом (8%) образуется 1,5,7,7,10,10-гексафтор-3 λ^4 -тиа-2,4,6,8,9,11-гексааза - 1 λ^5 ,5 λ^5 ,7 λ^5 ,10 λ^5 -тетрафосфа-бицикло-[3.3.3]ундека-2,3,5,7,9(1), 10-гексаен (II), $P_4N_4F_6(N_2S)$ (см. рис.), представляющий собой желтоватое крист.

(Тм)

(см. на обороте)

X. 1976 N13

1977

(NPS)_x

Борисов Е. В., учр.

синтез
структ.
св-ва
обзор

Ученые записки,
1977, 46 (9), 1604-24

(см. РН, I)

$P_4Se_3I_2$ (Cp, Tm, Dtm) 1980

Blachnik R., Rabe u. XIII-5649

Z. anorg. und allg. Chem., 1980, 461, Nr. 2,
87-90 (Her.)

Zur reaktion von phosphor(Arsen)-chalko-
geniden mit Phosphor(Arsen)-triiodid.

P.H. Kern, 1980
165849

● 5 ©

$\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 1985

5 Б3178. Упругие свойства моноклинного аммониевого фосфата теллуровой кислоты $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ вблизи перехода из параэлектрического в сегнетоэлектрическое состояние. Elastic properties of monoclinic telluric acid ammonium phosphate, $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, near the paraelectric-ferroelectric transition. Haussühl S., Nicolau Y. F. «Z. Phys.», 1985, В61, № 1, 85—88 (англ.)

В диапазоне t -р 263—340 К с помощью резонансного метода в диапазоне частот 6—40 МГц исследованы t -рные зависимости 13 упругих постоянных c_{ij} и c_{ij} , 13 термоупругих постоянных T_{ii} и T_{ij} и 7 коэф. термич. расширения α_{ij} монокристаллов $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Все постоянные c_{ii} и c_{ij} в обл. фазового перехода кристалла из пара- в сегнетоэлектрич. состояние при $T_0 = 320$ К изменяются менее чем на 1%, самый большой эффект наблюдается при c_{22} . В очень

$T(t_2)$

X. 1986, 19, N5

узкой обл. 314,5—315,5 К наблюдается резкое увеличение затухания квазипродольных УЗ-волн. Влияние давл. до 1,58 кбар на T_0 описывается уравнением $dT_0/dp = -3,8$ К/кбар, тогда как для триглицинсульфата обратная по давл. имеет другой знак $dT_0/dp = +3,9$ К/кбар.

В. А. Ступников



PNS

1992

Chaban G.M.

изотопы,
теор.
раств.,
обзор

Izv. Vyssh. Uchebn.

Zaved., Khim. Khim.

Tekhnol. 1992, 35(5),

25-39.



(сер.

N_2O ;

~~4~~¹